



PVC powder compsn. contg. pitch and coal tar oil - and wood flour to prevent oil exudation, used e.g. for extruding or calendering

Patent Assignee: HUILES GOUDRONS & DERIVES

Inventors: COUDERC P; MENU R

Patent Family

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
FR 2514773	A	19830422				198321	B

Priority Applications (Number Kind Date): FR 8119376 A (19811015)

Patent Details

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
FR 2514773	A		6		

Abstract:

FR 2514773 A

A powder compsn. comprises a stabilised and plasticised PVC (co)polymer, pitch and coal tar oils and is improved by contg. 10-30 pts.wt. wood flour per 100 pts.wt. compsn. The compsn. pref. also contains up to 20 pts. of an inorganic filler per 100 pts. compsn. The compsn. is pref. used in sheet form.

Compsn. does not exude oil during storage. It is easily handled, can be transported in sacks e.g. of polyethylene, and can be directly fed to processing machines (e.g. extruder, or calender) without intermediate re-mixing.

Derwent World Patents Index

© 2001 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 3689691

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :

2 514 773

(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 81 19376

(54) Compositions pulvérulentes à base de chlorure de polyvinyle, de brai et d'huiles de goudron, et procédé pour leur fabrication.

(51) Classification internationale (Int. CL⁸). C 08 L 27/06; C 08 J 5/18; C 08 L 95/00, 97/02.

(22) Date de dépôt..... 15 octobre 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 16 du 22-4-1983.

(71) Déposant : HUILES, GOUDRONS ET DERIVES. — FR.

(72) Invention de : Pierre Couderc et Roger Menu.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Jean-Michel Lesne, société chimique des charbonnages SA, service de propriété industrielle,
BP 1, 62160 Bully-les-Mines.

D

Vente des fascicules à l'IMPRIMERIE NATIONALE, 27, rue de la Convention — 75732 PARIS CEDEX 15

La présente invention concerne des compositions pulvérulentes à base de chlorure de polyvinyle, de brai et d'huiles de goudron, et un procédé pour leur fabrication.

Le plus fréquemment de telles compositions sont connues à l'état de produits finis (feuilles, joncs, produits d'étanchéité gélifiés). Ainsi le brevet britannique n° 1.200.723 décrit la préparation de compositions de moulage thermoplastiques contenant du chlorure de polyvinyle, du brai, des fibres de renforcement thermoplastiques, des cendres volantes, un lubrifiant et un stabilisant. Ces constituants sont mélangés à 140°C et le mélange résultant est moulé ou transformé en feuille. Il y a ainsi nécessité de stockage séparé des différents ingrédients. De plus, au moment de la mise en oeuvre, se pose le problème du réchauffage des produits utilisés, particulièrement du brai. Cette mise en oeuvre ne peut être faite que par le transformateur auquel la fourniture d'un pré-mélange facilement utilisable est pratiquement impossible, ces mélanges se présentant le plus souvent sous une forme difficile à manipuler.

On a essayé de préparer des compositions se présentant sous une forme pratique à transporter et à manipuler, simplifiant ainsi le travail du transformateur, réduit à la manipulation d'un seul produit. Ainsi le brevet français n° 2.036.626 décrit des mélanges à base de chlorure de polyvinyle, de brai et d'huiles de goudron de houille se présentant, entre autres formes, à l'état d'une poudre terreuse, sèche, sans consistance. Malheureusement les produits décrits ont l'inconvénient d'évoluer lors du stockage : il se produit un ressuage des huiles entrant dans la composition qui provoque la prise en masse du mélange, rendant par conséquent obligatoire une manipulation intermédiaire par le transformateur.

On a maintenant trouvé qu'il est possible d'obtenir des matériaux contenant du brai, des huiles de goudron, du chlorure de polyvinyle, qui se présentent à l'état d'une poudre qui a la propriété de conserver cet aspect même après un stockage prolongé. Ce produit est aisé à manipuler et il peut être transporté dans des sacs, par exemple, en polyéthylène. Le transformateur n'a ainsi qu'un seul produit à traiter, qui peut directement alimenter ses machines de transformation (extrudeuses, calandreuses, etc...).

Un objet de la présente invention consiste en une composition pulvérulente comprenant un polymère ou copolymère stabilisé et plastifié du chlorure de vinyle, du brai et des huiles de goudron, caractérisée en ce qu'elle contient de 10 à 30 parties en poids de farine de bois pour 100 parties en poids de composition pulvérulente.

L'homopolymère ou copolymère du chlorure de vinyle provient de la polymérisation en émulsion ou en suspension du chlorure de vinyle, associé, le cas échéant, à un ou plusieurs co-monomères tels que l'acétate de vinyle, les esters acryliques et méthacryliques, le styrène, le butadiène, le chlorure de vinylidène, et se présente sous forme divisée, de préférence à l'état de poudre. On utilise de préférence du chlorure de polyvinyle d'indice K compris entre 60 et 80. Sa teneur dans la composition est avantageusement comprise entre 25 et 50 % en poids et de préférence entre 30 et 40 % en poids.

L'homopolymère ou copolymère du chlorure de vinyle est stabilisé soit avant soit pendant la préparation des compositions selon l'invention à l'aide d'au moins un stabilisant connu tel qu'un sel ou savon métallique comme le stéarate de plomb ou de zinc, le laurate de zinc, un composé organo-métallique comme le maléate de dibutylétain, un dérivé époxydé comme l'huile de soja époxydée.

Le brai de goudron de houille est le résidu de la distillation du goudron. On peut utiliser n'importe quel type de brai mais de préférence un produit solide ayant un point de ramollissement Kraemer-Sarnow (KS) compris entre 60 et 80°C. La teneur en brai de la composition est avantageusement comprise entre 4 et 10 parties en poids pour 100 parties en poids de composition pulvérulente.

Les huiles de goudron utilisées sont des produits distillant à très haute température. De préférence on utilise la fraction appelée "huile de base", provenant de la distillation du goudron et dont elles constituent la fraction de queue de distillation. La température de distillation de ces huiles de base est comprise entre 340° et 400°C, sous pression atmosphérique. On utilise ces huiles de base en une quantité comprise entre 4 et 11 parties en poids pour 100 parties en poids de composition pulvérulente.

La farine de bois que contiennent les compositions selon l'invention est une farine de bois classique. Elle provient de préférence de bois tendres tels que les bois résineux et se présente sous forme d'une poudre de granulométrie comprise avantageusement entre 50 et 400 microns. On l'utilise à raison de 10 à 30 parties en poids, de préférence de 12 à 17 parties, pour 100 parties en poids de composition pulvérulente. Une teneur inférieure à 10 parties ne conduit pas à l'obtention d'une composition pulvérulente stable au stockage. Une teneur supérieure à 30 parties doit être évitée car les compositions obtenues deviennent trop sensibles à l'eau, leur gélification est plus lente et les produits finis obtenus

sont moins souples.

Secondairement les compositions selon l'invention peuvent contenir une charge minérale. On peut utiliser un ou plusieurs des produits déjà décrits dans ce type de composition : poudre de mica, magnésie, talc, carbonate de calcium, poudre de pierre, kaolin, sulfate de calcium. La teneur en charge minérale des compositions peut avantageusement atteindre 20 parties en poids pour 100 parties de composition pulvérulente. La granulométrie de la charge minérale est de préférence comprise entre 5 et 400 microns.

Les compositions selon l'invention peuvent également contenir du bitume, résidu de la distillation du pétrole. On emploie de préférence un produit ayant un point de ramollissement KS compris entre 30 et 50°C en une teneur allant jusqu'à 3 parties et de préférence comprise entre 0,5 et 2 parties en poids pour 100 parties en poids de composition pulvérulente.

Les compositions comprennent également au moins un plastifiant choisi parmi les esters à haut point d'ébullition des diacides tels que les acides phtaliques, adipique, sébacique. On utilise avantageusement les esters de l'acide orthophtalique et d'alcools comportant de 8 à 10 atomes de carbone tels que le phtalate de di-isooctyle, le phtalate de dinonyle, le phtalate de didécyle. La teneur des compositions en plastifiant est avantageusement comprise entre 15 et 40 % en poids, de préférence entre 20 et 30 %. Ainsi les compositions selon l'invention comprennent de préférence de 40 à 65 parties en poids de polymère ou copolymère plastifié du chlorure de vinyle pour 100 parties en poids de composition pulvérulente.

Un autre objet de la présente invention concerne un procédé de préparation des compositions décrites ci-dessus caractérisé en ce qu'il consiste à mélanger, à une température comprise entre -10°C et + 30°C, un polymère ou un copolymère stabilisé du chlorure de vinyle et la farine de bois, puis à incorporer au mélange, sous agitation, le brai et les huiles de goudron portés préalablement à une température comprise entre 70 et 100°C, et au moins un plastifiant du polymère ou copolymère de chlorure de vinyle.

L'incorporation d'une charge minérale a lieu, le cas échéant, par mélange avec le polymère ou le copolymère stabilisé du chlorure de vinyle et la farine de bois.

L'incorporation du bitume a lieu, le cas échéant, lors de l'addition du brai et des huiles de goudron, le bitume étant porté à la même température. Avantageusement on réalise, avant son addition, le mélange d brai, d'huiles de goudron et de bitume. De préférence le plastifiant

est ajouté à ce mélange qui est porté à une température de 70 à 100°C avant d'être ajouté au mélange de polymère ou copolymère de chlorure de vinyle, de farine de bois et, éventuellement, de charge minérale.

Le mélangeur utilisé est du type classique à pales ou bras agités. La température du mélange de brai et d'huiles, et le cas échéant de bitume, au moment de son incorporation est telle que, de préférence, la température atteinte par la composition obtenue soit, après 5 à 15 minutes d'agitation, voisine de 40°C. Une telle température permet une homogénéisation efficace et n'entraîne pas de modification chimique des divers ingrédients par interaction entre eux. La composition obtenue se présente à l'état pulvérulent et conserve cet aspect après stockage même prolongé.

Les exemples suivants, non limitatifs, sont donnés à titre d'illustration de l'invention.

15 EXEMPLE 1

Dans un mélangeur à agitation planétaire comprenant un bol en acier inoxydable de 4 litres de capacité on introduit, en maintenant l'agitation pendant toute la durée de la préparation :

- 300 g de poudre de chlorure de polyvinyle d'indice K = 70
- 20 - 190 g de craie en poudre de granulométrie comprise entre 50 et 200 microns
- 100 g de farine de bois de sapin de granulométrie moyenne égale à 150 microns
- 10 g de sulfate tribasique de plomb.

Après homogénéisation on introduit :

- 25 - 240 g d'orthophtalate de diisononyle

Après deux minutes d'agitation on introduit :

- 160 g d'un mélange de 50 % d'huile de base provenant de la distillation du goudron et distillant à 360-370°C, 42 % de brai de KS 70°C et 8 % de bitume de KS 40°C, porté à 100°C.

30 La composition atteint une température de 40°C et on poursuit l'agitation pendant 15 minutes supplémentaires. La poudre obtenue a une densité apparente, mesurée selon la norme ISO R 60 égale à 0,606.

EXEMPLE 2

Suivant le même mode opératoire qu'à l'exemple 1 on utilise

- 35 145 g de craie et 145 g de farine de bois, et on introduit d'abord le mélange de brai, d'huiles et de bitume à 80°C et ensuite le plastifiant. La poudre obtenue possède une densité apparente de 0,52.

EXEMPLE 3

Suivant le même mode opératoire qu'à l'exemple 1, on utilise

- 40 40 g de talc de granulométrie compris entre 10 et 70 microns et

250 g de farine de bois de granulométrie moyenne égale à 100 microns.
La poudre obtenue possède une densité apparente de 0,35.

Les compositions selon l'invention trouvent des applications dans la fabrication de produits finis sous forme de feuilles, joncs, mastics d'étanchéité etc... A titre d'illustration on trouvera ci-dessous un exemple de transformation de la poudre obtenue selon l'exemple 2 en une feuille. La poudre est gélifiée sur un malaxeur à 2 cylindres d'écartement 2 mm à 130°C pendant 4 minutes en friction et 1 minute en calandrage. La feuille obtenue a une densité de 1,27, une dureté Shore D de 80 à -30°C et 28 à +40°C. Après 6 jours de maintien à 70°C elle présente un retrait de -0,6 %, selon la norme NFT 54105, dans les deux sens, longitudinal et transversal.

REVENDEICATIONS

1. Composition pulvérulente comprenant un polymère ou copolymère stabilisé et plastifié du chlorure de vinyle, du brai et des huiles de goudron, caractérisée en ce qu'elle contient de 10 à 30 parties en poids de farine de bois pour 100 parties en poids de composition pulvérulente.
- 5 2. Composition selon la revendication 1 caractérisée en ce qu'elle comprend jusqu'à 20 parties en poids d'au moins une charge minérale pour 100 parties en poids de composition pulvérulente.
3. Composition selon l'une des revendications 1 et 2 caractérisée en ce qu'elle comprend de 40 à 65 parties en poids de polymère ou copolymère plastifié du chlorure de vinyle pour 100 parties en poids de composition pulvérulente.
- 10 4. Composition selon l'une des revendications 1 à 3 caractérisée en ce qu'elle comprend de 4 à 10 parties en poids de brai et de 4 à 11 parties en poids d'huiles de goudron pour 100 parties en poids de composition pulvérulente.
- 15 5. Composition selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisée en ce qu'elle comprend en outre jusqu'à 3 parties en poids de bitume pour 100 parties en poids de composition pulvérulente.
6. Procédé de préparation d'une composition selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'il consiste à mélanger, à une température comprise entre -10°C et $+30^{\circ}\text{C}$, un polymère ou un copolymère stabilisé du chlorure de vinyle et la farine de bois, puis à incorporer au mélange, sous agitation, le brai et les huiles de goudron portés préalablement à une température comprise entre 70°C et 100°C , et au moins un plastifiant
- 20 du polymère ou copolymère de chlorure de vinyle.
7. Procédé selon la revendication 6 caractérisé en ce que, en vue d'obtenir une composition selon la revendication 2, on mélange la charge minérale avec le polymère ou le copolymère stabilisé du chlorure de vinyle et la farine de bois.
- 25 8. Procédé selon la revendication 6 caractérisé en ce que, en vue d'obtenir une composition selon la revendication 5, on mélange le bitume avec le brai, les huiles de goudron et le plastifiant.
9. Produits finis obtenus par la mise en oeuvre d'une composition selon l'une des revendications 1 à 5.
- 30 10. Produits finis selon la revendication 9 caractérisés en ce qu'ils se présentent sous forme de feuilles.